1746

PATENT Atty. Dkt. No. SOEI/0013

# IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

๛๛๛๛๛๛๛๛๛๛๛๛๛

In re Application of:

Miyanaga, et al.

Serial No.: 10/045,746

Filed:

October 26, 200

Confirmation No.:

For:

Cleaning Method for Vapor Phase Deposition Apparatus, and Vapor Phase Deposition

**Apparatus** 

**Assistant Commissioner for Patents** Washington, D.C. 20231

Dear Sir:

Group Art Unit: Unknown

Examiner:

Unknown

COPY OF PAPERS ORIGINALLY FILED

CERTIFICATE OF MAILING

37 CFR 1.8

I hereby certify that this correspondence is being deposited on January 29, 2002 with the United States Postal Service as First Class Mail in an envelope addressed to: Assistant Commissioner for Patents, Washington, D.C. 20231.

Signature

#### **CLAIM TO PRIORITY**

Applicant(s) reaffirm the claim for the benefit of filing date of the following foreign patent application referred to in Applicant's Declaration:

Japanese Application Serial Number 2000-327,367 filed October 26, 2000.

A copy of the application certified by the Japanese Patent Office is enclosed.

Respectfully submitted,

William B. Patterson

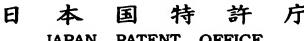
Registration No. 34,102

MOSER, PATTERSON & SHERIDAN, L.L.P.

3040 Post Oak Blvd., Suite 1500

Houston, TX 77056

Telephone: (713) 623-4844 Facsimile: (713) 623-4846 Attorney for Applicant(s)







別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日 Date of Application:

2000年10月26日

COPY OF PAPERS ORIGINALLY FILED

出 厢 番 Application Number:

特願2000-327367

出 人 Applicant(s):

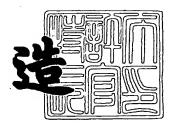
アプライド マテリアルズ インコーポレイテッド

RECEIVED
TO 1700

2001年10月26日

Commissioner, Japan Patent Office





【書類名】

特許願

【整理番号】

AMJ444

【提出日】

平成12年10月26日

【あて先】

特許庁長官殿

【国際特許分類】

H01L 21/205

C23C 16/44

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県成田市新泉14-3野毛平工業団地内 アプライ

ド マテリアルズ ジャパン 株式会社内

【氏名】

宮永 真美子

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県成田市新泉14-3野毛平工業団地内 アプライ

ド マテリアルズ ジャパン 株式会社内

【氏名】

白井 喜勝

【発明者】

【住所又は居所】

千葉県成田市新泉14-3野毛平工業団地内 アプライ

ド マテリアルズ ジャパン 株式会社内

【氏名】

守本 正宏

【特許出願人】

【識別番号】

390040660

【氏名又は名称】 アプライド マテリアルズ インコーポレイテッド

【代理人】

【識別番号】

100088155

【弁理士】

【氏名又は名称】

長谷川 芳樹

【選任した代理人】

【識別番号】

100094318

【弁理士】

【氏名又は名称】 山田 行一

【選任した代理人】

【識別番号】 100113435

【弁理士】

【氏名又は名称】 黒木 義樹

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 014708

【納付金額】

21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】

明細書 1

【物件名】

図面 1

【物件名】

要約書 1

【プルーフの要否】 要

### 【書類名】 明細書

【発明の名称】 気相堆積装置のクリーニング方法及び気相堆積装置

### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 シャワーヘッドを介してチャンバ内に成膜ガスを導入し、基体上に成膜を行う気相堆積装置のクリーニング方法であって、

フッ素原子を含有してなる化合物を含むクリーニングガスをマイクロ波に晒して活性化し、該クリーニングガスの活性種を前記チャンバ内に導入するガス導入工程と、

前記シャワーヘッドの温度を、前記基体上に成膜を行う際の温度よりも上昇させる温度上昇工程と、

を含む気相堆積装置のクリーニング方法。

【請求項2】 前記シャワーヘッドは前記チャンバに供給される冷媒により 冷却されており、前記温度上昇工程では、該チャンバへの該冷媒の供給を制限す る請求項1に記載の気相堆積装置のクリーニング方法。

【請求項3】 前記温度上昇工程では、ヒーターにより前記シャワーヘッド に熱を加える請求項1又は請求項2に記載の気相堆積装置のクリーニング方法。

【請求項4】 前記温度上昇工程では、前記シャワーヘッドの温度を50℃ 以上に上昇させる請求項1~3のいずれかに記載の気相堆積装置のクリーニング 方法。

【請求項5】 前記成膜ガスはタングステン原子を含有する化合物から成る ガスを含み、前記温度上昇工程では、前記シャワーヘッドの温度を70℃以上に 上昇させる請求項1~4のいずれかに記載の気相堆積装置のクリーニング方法。

【請求項6】 シャワーヘッドと該シャワーヘッドを冷却するための冷媒が 通過する循環路とを含むチャンバと、

前記循環路の一端に接続されて該循環路に送られる前記冷媒が通る送り流路と

前記循環路の他端に接続されて該循環路から排出される前記冷媒が通る戻り流路と、

前記送り流路と前記戻り流路とを連通するバイパス流路と、

前記バイパス流路に流れる前記冷媒の流れを制御する制御弁と、 を備える気相堆積装置。

【請求項7】 前記シャワーヘッドの温度を変更するためのヒーターを備え る請求項6に記載の気相堆積装置。

【請求項8】 成膜ガスを導入するためのシャワーヘッドを有するチャンバと、

前記シャワーヘッドの温度を変更するためのヒーターと、 を備える気相堆積装置。

【請求項9】 クリーニングガスをマイクロ波に晒して活性化し、該クリーニングガスの活性種を前記チャンバ内に導入するクリーニングガス導入手段を備える請求項6~8のいずれかに記載の気相堆積装置。

【請求項10】 前記チャンバ内にタングステン原子を含有する化合物から成るガスを供給するガス供給源を備える請求項6~9のいずれかに記載の気相堆積装置。

## 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】

本発明は、気相堆積装置のクリーニング方法及び気相堆積装置に関する。

[0002]

【従来の技術】

半導体装置の製造等に用いる気相堆積(CVD)装置は、複数の貫通孔を有するシャワーヘッドを介してチャンバ内に複数種の成膜ガスを導入し、該チャンバ内で目的とする化学反応を生じさせて基体上に薄膜を成長させる装置である。

[0003]

CVD装置は、上記の通り成膜ガスの化学反応により薄膜を成長させる手法を とるため、成膜ガスの反応により生成された生成物は、基体上のみならずチャン バ内にも付着してしまう。この反応生成物がチャンバ内に付着すると、成膜に悪 影響を及ぼすおそれがあるため、所定回数の成膜を行う度にチャンバ内のクリー ニングが行われる。 [0004]

クリーニングは、従来よりチャンバ内にクリーニングガス(例えばNF<sub>3</sub>)を 導入すると共に高周波電圧を印加してRFプラズマを生成し、励起された活性原 子により反応生成物の堆積物をエッチングする方法が一般的であった。

[0005]

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、RFプラズマを使用したクリーニング手法では、チャンバー内 におけるパーティクルの発生の問題があった。

[0006]

そこで、かかる問題を改善するよりマイルドなクリーニング方法として、チャンバ内でプラズマを発生させることなくマイクロ波によりクリーニングガスを活性化し、生成される活性原子をチャンバ内に付着した反応生成物と反応させる方法を考えた。しかし、マイクロ波を単に用いるクリーニング方法では、クリーニング後においてもシャワーヘッドに反応生成物の一部が除去されず残ってしまう場合があり、除去効率が悪く成膜に悪影響を及ぼすおそれがあった。

[0007]

そこで本発明は、チャンバー内に付着した反応生成物の除去効率に優れた気相 堆積装置のクリーニング方法及び気相堆積装置を提供することを目的とする。

[0008]

【課題を解決するための手段】

発明者らは、上記目的を達成するため鋭意研究した結果、以下に示す知見を得た。すなわち、チャンバー内のシャワーヘッドは、成膜ガスがシャワーヘッド内で反応することを抑制するため冷却されて低温(例えば30℃)に維持される。そして、この冷却作業はクリーニング時においても継続されており、この冷却による低温環境がシャワーヘッドにおける反応生成物の除去効率を悪くする要因であると推測された。そこで、シャワーヘッドの温度を成膜時の温度よりも上昇させて同様のクリーニングを行うことで、シャワーヘッドにおける反応生成物の除去効率が向上されることを見出し、本発明を完成するに至った。

[0009]

すなわち、本発明に係る気相堆積装置のクリーニング方法は、シャワーヘッドを介してチャンバ内に成膜ガスを導入し、基体上に成膜を行う気相堆積装置のクリーニング方法であって、(1)フッ素原子を含有してなる化合物を含むクリーニングガスをマイクロ波に晒して活性化し、クリーニングガスの活性種をチャンバ内に導入するガス導入工程と、(2)シャワーヘッドの温度を、基体上に成膜を行う際の温度よりも上昇させる温度上昇工程と、を含んでいる。

### [0010]

この方法によれば、シャワーヘッドの温度を基体上に成膜を行う際の温度よりも上昇させることで、クリーニングガスの活性種とシャワーヘッドに付着した反応生成物との反応が促進され、反応生成物の除去効率が向上する。しかも、チャンバ内でプラズマを発生させることなくマイクロ波によりクリーニングガスを活性化するため、チャンバ内におけるパーティクルの発生が抑制される。

### [0011]

本発明に係る気相堆積装置のクリーニング方法において、シャワーヘッドはチャンバに供給される冷媒により冷却されており、温度上昇工程では、チャンバへの冷媒の供給を制限することを特徴としてもよい。シャワーヘッドは、チャンバに供給される冷媒により冷却されることがある。したがって、クリーニング時においてはかかる冷媒の供給を制限することで、シャワーヘッドの温度が上昇される。

### [0012]

また本発明に係る気相堆積装置のクリーニング方法において、温度上昇工程では、ヒーターによりシャワーヘッドに熱を加えることを特徴としてもよい。このようにすれば、シャワーヘッドの温度を速やかに上昇させることができる。特に、チャンバへの冷媒の供給を制限し、かつヒーターによりシャワーヘッドに熱を加えると、シャワーヘッドの温度上昇が効率的に行われる。

#### [0013]

また本発明に係る気相堆積装置のクリーニング方法において、温度上昇工程では、シャワーヘッドの温度を50  $\mathbb{C}$  以上、好ましくは50  $\mathbb{C}$   $\mathbb{C}$   $\mathbb{C}$  より好ましくは $\mathbf{C}$   $\mathbf{$ 

である。シャワーヘッドの温度は通常20℃~45℃程度に維持されるため、クリーニング時にはシャワーヘッドの温度を上記50℃以上に上昇させることで、シャワーヘッドに付着した反応生成物の除去効率が向上する。なお、シャワーヘッドの温度を50℃より低くすると反応生成物の除去効率向上の効果があまり得られなくなる傾向にある。

### [0014]

特に、成膜ガスがタングステン原子を含有する化合物から成るガスを含むときは、シャワーヘッドの温度は70℃以上、好ましくは70℃~100℃、より好ましくは75℃~85℃に上昇させると好適である。成膜ガスがタングステン原子を含有する化合物から成るガスを含むと、基体上には導電性を有するタングステン層が形成される。近年、半導体集積回路の微細化等に伴い、配線抵抗の低減、配線の信頼性向上及び配線レベルでの平坦性の更なる改善という観点から、半導体ウェハ等の基体上に形成される金属配線の一部として、いわゆるタングステンプラグ(W-plug)が用いられるようになってきた。これは、層間結線を形成するために絶縁層に設けられた孔(スルーホール、Viaホール等)をタングステン(W)により埋めるものである。このように、タングステン層を形成した後にチャンバ内をクリーニングするときは、シャワーヘッドの温度を上記70℃以上に上昇させると、シャワーヘッドに付着した反応生成物の除去効率が効果的に向上されることを発明者は見出した。

#### [0015]

本発明に係る気相堆積装置は、上記した本発明に係る気相堆積装置のクリーニング方法を有効に実施するための装置であり、(1)シャワーヘッドとシャワーヘッドを冷却するための冷媒が通過する循環路とを含むチャンバと、(2)循環路の一端に接続されて循環路に送られる冷媒が通る送り流路と、(3)循環路の他端に接続されて循環路から排出される冷媒が通る戻り流路と、(4)送り流路と戻り流路とを連通するバイパス流路と、(5)バイパス流路に流れる冷媒の流れを制御する制御弁と、を備える。この気相堆積装置は、シャワーヘッドの温度を変更するためのヒーターを更に備えると好ましい。

[0016]

また本発明に係る気相堆積装置は、(1)成膜ガスを導入するためのシャワー ヘッドを有するチャンバと、(2)シャワーヘッドの温度を変更するためのヒー ターと、を備える。

[0017]

また本発明に係る気相堆積装置は、クリーニングガスをマイクロ波に晒して活性化し、該クリーニングガスの活性種をチャンバ内に導入するクリーニングガス 導入手段を備えると好ましい。

[0018]

また本発明に係る気相堆積装置は、チャンバ内にタングステン原子を含有する化合物から成るガスを供給するガス供給源を備えると好ましい。

[0019]

【発明の実施の形態】

以下、添付図面を参照しながら本発明の実施形態について詳細に説明する。なお、同一の要素には同一の符号を付し、重複する説明を省略する。

[0020]

図1は、本発明に係る気相堆積装置の好適な一実施形態を概略的に示す構成図 (一部断面)である。気相堆積装置(CVD装置)1は、Siから成るウェハ( 基体)5が収容されるチャンバ2と、チャンバ2内に成膜ガスを供給する成膜ガス供給源30と、を備える。

[0021]

チャンバ2は、ウェハ5が載置されるサセプタ3を収容するアルミ製の容器部6と、この容器部6を密閉するアルミ製のリッド部7と、中空の円盤状を成すシャワーヘッド4とを有している。このシャワーヘッド4は、サセプタ3の上方において上面及び側面がリッド部7に接することにより支持されている。サセプタ3は、Oリング、メタルシール等により、チャンバ2に気密に設けられると共に、図示しない可動機構により上下駆動可能に設けられている。これにより、ウェハ5とシャワーヘッド4との間隔が調整されるようになっている。さらに、サセプタ3にはヒーター3aが内設されており、このヒーター3aによりウェハ5が所望の温度に加熱される。

[0022]

シャワーヘッド4は、略円筒状を成す胴部41を備え、その上端部には中央に 後述する各ガスが供給されるガス供給口9が形成されたベースプレート43が設 けられている。一方、胴部41の下端部には、板面に複数の貫通孔45aが形成 されたフェイスプレート45が設けられている。また、シャワーヘッド4の内部 には、フェイスプレート45と略平行になるように、板面に複数の貫通孔45a が形成されたブロッカープレート47が設置されている。そして、胴部41、ベ ースプレート43及びブロッカープレート47によって空間部Saが画成されて おり、胴部41、フェイスプレート45及びブロッカープレート47によって空 間部Sbが画成されている。なお、ベースプレート43は、ブロッカープレート 47に対向する面が略平滑面、すなわち、凹凸部を実質的に有しない面形状とされている。

[0023]

さらに、チャンバ2の容器部6の下部には開口部40が設けられている。この 開口部40には、チャンバ2の内部を減圧する真空ポンプ(図示せず)が図示し ない管を介して接続されている。

[0024]

一方、成膜ガス供給源30は、WF $_6$ ガス供給源31、SiH $_4$ ガス供給源32、Arガス供給源33及びH $_2$ ガス供給源34を備えている。これらの各ガス供給源31~34は、各ガスの質量流量を制御するMFC(質量流量コントローラ)31a~34aが設けられた管10を介して、シャワーヘッド4のベースプレート43に設けられたガス供給口9に接続されている。これにより、各ガス(WF $_6$ ガス、SiH $_4$ ガス、Arガス、H $_2$ ガス)が成膜ガス供給源30からシャワーヘッド4に導入され、空間部Sa又は空間部Sb内において十分に混合:分散された後、ブロッカープレート47及びフェイスプレート45を介してチャンバ2内に供給される。

[0025]

かかるCVD装置1では、シャワーヘッド4内において各ガス( $WF_6$ ガス、 $SiH_4$ ガス、Arガス、 $H_2$ ガス)が混合・分散されるため、シャワーヘッド4

内でWF $_6$ ガスとSiH $_4$ ガスとが反応し易くなる傾向にある。シャワーヘッド4 内で両ガスが反応してしまうと、チャンバ2内に供給したWF $_6$ ガスとSiH $_4$ ガスとの濃度比と、サセプタ3上に載置されたウェハ5上に実際に達したWF $_6$ ガスとSiH $_4$ ガスとの濃度比とが異なって、ウェハ5上への成膜が好適に行われなくなるおそれがある。

### [0026]

そこでCVD装置1は、リッド部7を介してシャワーヘッド4を冷却することで、シャワーヘッド4内でのWF<sub>6</sub>ガスとSiH<sub>4</sub>ガスとの反応を抑制する冷却系を備えている。この冷却系は、冷媒としての冷却水を供給する水供給源50と、水供給源50から供給された冷却水をリッド部7に送るための送り流路51と、リッド部7において熱交換された冷却水を再び水供給源50に戻すための戻り流路52とを有している。

### [0027]

リッド部7の内部には水供給源50から供給された冷却水が循環する循環路7aが設けられており、送り流路51と戻り流路52とは、循環路7aの入口と出口とにそれぞれ接続されている。よって、水供給源50から供給された冷却水はリッド部7内部の循環路7aを循環し、熱交換によりリッド部7が冷却される。そして、リッド部7が冷却されることでリッド部7と接触するベースプレート43、胴部41、ブロッカープレート47及びフェイスプレート45が冷却され、これによりシャワーヘッド4が冷却される。

#### [0028]

これら送り流路 5 1 と戻り流路 5 2 とは、チャンバ2 の外部においてバイパス 流路 7 0 を介して連通されている。そして、送り流路 5 1 とバイパス流路とが交 差する部位には、三方弁(制御弁) 7 1 が設けられている。

### [0029]

これにより、三方弁71により送り流路51を閉鎖してリッド部7への冷却水の供給を止め、バイパス流路70を開放することで、水供給源50、送り流路51、循環路7a、戻り流路52、及び水供給源50といった経路で循環する冷却水の流れを変更し、水供給源50、送り流路51、バイパス流路70、戻り流路

52、及び水供給源50といった経路で冷却水を循環させることが可能となる。 これにより、リッド部7の温度を上昇させることが可能となる。

[0030]

また、三方弁71によりバイパス流路70を閉鎖してバイパス流路70を流れる冷却水の流れを止め、送り流路51を開放することで、水供給源50、送り流路51、バイパス流路70、戻り流路52、及び水供給源50といった経路で循環する冷却水の流れを変更し、水供給源50、送り流路51、循環路7a、戻り流路52、及び水供給源50といった経路で冷却水を循環させることが可能となる。これにより、リッド部7の温度を低下させることが可能となる。

[0031]

なお、リッド部7の温度を上昇させる場合に、三方弁71により送り流路51 を完全に閉鎖してリッド部7への冷却水の供給を完全に停止する必要はなく、送り流路51を一部閉鎖してリッド部7への冷却水の供給を一部制限することによっても、リッド部7の温度を上昇させることができる。

[0032]

またCVD装置1は、所定回数の成膜後にチャンバ2内をクリーニングするためのクリーニングガス導入手段60を備えている。クリーニングガス導入手段60は、フッ素原子を含有してなる化合物を含むクリーニングガス、例えばNF3を供給するNF3ガス供給源61を有している。このNF3ガス供給源61は、管63を介して管10に接続されている。

[0033]

管63上には、 $NF_3$ ガス供給源61から供給される $NF_3$ ガスの質量流量を制御するためのMFC(質量流量コントローラ)61 a が設けられている。また管63上には、 $NF_3$ ガスを活性化させるためのマイクロ波発生源64が設けられている。これにより、 $NF_3$ ガス供給源61から供給された $NF_3$ ガスは、マイクロ波発生源64において発生したマイクロ波に晒されて活性化され、管63、管10を通ってガス供給口9からシャワーヘッド4内に導入される。

[0034]

またCVD装置1は、リッド部7の温度を上昇させるためのヒータープレート

(ヒーター) 72を備えている。図2は、本実施形態に係るCVD装置1を上面から見た構成を概略的に示す平面図である。図示の通り、ヒータープレート72はシリコーンのゴムの中に電熱線72aを張り巡らせたものであり、電源72bから供給される電圧・電流を調整することで、発熱量を調整可能になっている。このヒータープレート72は、シャワーヘッド4の上方であってリッド部7の上面に、管10を挟んで一対配置されている。

[0035]

またCVD装置1は、リッド部7の上面に設置された、リッド部7の温度を検出するための温度検出手段として熱電対73を備えている。リッド部7の温度とシャワーヘッド4の温度との間、特にリッド部7の温度とフェースプレート45との間の温度差は予め分かっているため、熱電対73を介してリッド部7の温度を検出することで、シャワーヘッド4、特にフェースプレート45の温度が分かるようになっている。

[0036]

また、CVD装置1は、図1に示すように、三方弁71の開閉動作やヒータープレート72のON/OFF、マイクロ波発生源64のON/OFFを制御する制御装置80を備えている。この制御装置80は、三方弁71、ヒータープレート72、マイクロ波発生源64及びMFC62と電気的に接続されている。よって、MFC62からのON信号が制御装置80に入力されると、制御装置80はマイクロ波発生源64へON信号を送り、また送り流路51を閉鎖してバイパス流路70を開放するための信号を三方弁71に送り、さらにヒータープレート72へON信号を送る。

[0037]

また、制御装置80は熱電対73と電気的に接続されており、熱電対73から 検出される温度情報は制御装置80ヘフィードバックされ、この温度情報に基づ いて制御装置80は電熱線72aに供給される電圧・電流を調整する信号をヒー タープレート72に送り、ヒータープレート72の発熱量が調整される。

[0038]

次に、このように構成されたCVD装置1を用いた本発明に係る気相堆積装置

のクリーニング方法の一例について説明する。ここでは、ウェハ5上にタングス テン層を形成する成膜工程を含めて説明する。

### [0039]

成膜工程では、まずチャンバ2内を真空ポンプにより減圧する。この減圧下において、ウェハ5(ここでは、ホール、トレンチ等の凹部が形成された、或いは、形成されていないSiウェハ上に、チタン(Ti)及び窒化チタン(TiN)がこの順で堆積されたもの)を、ロードロックチャンバ、他のチャンバ、他のウェハ準備室等の所定場所からチャンバ2内へと搬送し、サセプタ3上に載置して収容する。次に、ArガスとH2ガスを、それぞれの供給源33,34から管10を通してチャンバ2内へ供給すると共に、チャンバ2内が所定の圧力となるように圧力調整を行う。

## [0040]

チャンバ2内の圧力が所定値で安定した後、成膜ガスとしてWF<sub>6</sub>ガス及びS i H<sub>4</sub>ガスを、それぞれの供給源31,32から管10を通してシャワーヘッド 4へ供給する。このとき、水供給源50、送り流路51、循環路7a、戻り流路 52、及び水供給源50といった経路で冷却水を循環させ、リッド部7を冷却す ることでシャワーヘッド4の冷却を行う。

#### [0041]

シャワーヘッド4の冷却は、フェースプレート45の温度を20℃~45℃の範囲に維持すように行うと好ましい。このようにすれば、WF $_6$ ガスとSiH $_4$ ガスとのシャワーヘッド4内での反応が十分に抑制される。よって、ウェハ5上に達した両ガスの濃度比が、成膜ガス供給源30から供給された両ガスの濃度比に比して不都合な程度に変化してしまうことを防止できる。換言すれば、両ガスの濃度比のバランスを好適に維持することができる。したがって、核形成において生じるタングステンシリサイド( $W_x$ Si $_y$ )の組成比を、W層の形成に適した所望の組成比とすることが確実にできる。その結果、 $W_x$ Si $_y$ 層及びW層の残留ストレスを十分に低減可能である。これにより、 $W_x$ Si $_y$ 層及びW層から構成される配線層の膜特性の劣化叉は低下を十分に抑止でき、その配線層のストレス及び抵抗率

の増大を抑制できる。

[0042]

また、WF $_6$ ガスとSiH $_4$ ガスとのシャワーヘッド4内の空間部Sa, Sbにおける反応を十分に抑制できるので、両者の反応生成物に起因するパーティクルの発生をも十分に防止できる。

[0043]

ガス供給口9から空間部Saへ導入された両ガスは、ブロッカープレート47により分散されて十分に混合され、複数の貫通孔47aを通して空間部Sbへ流出する。空間部Sbへ導入された $WF_6$ ガス及びSi  $H_4$ ガスの混合ガスは、フェイスプレート45の貫通孔45aを通してシャワーヘッド4の下方に流出し、ウェハ5上に供給される。

[0044]

一方、WF $_6$ ガス及びSiH $_4$ ガスをチャンバ2内へ供給すると共に、サセプタ3のヒーター3aに電力を供給し、サセプタ3を介してウェハ5が所定温度となるように加熱する。これにより、ウェハ5上に達したWF $_6$ ガスとSiH $_4$ ガスとを反応させて、ウェハ5上に核としてのタングステンシリサイド(W $_{\mathbf{x}}$ Si $_{\mathbf{y}}$ )を堆積せしめる。このW $_{\mathbf{x}}$ Si $_{\mathbf{y}}$ 膜の形成を、所定時間、例えば数秒~十秒程度の間実施した後、SiH $_4$ ガスの供給を停止すると共に、WF $_6$ ガスの流量を調整する。これにより、ウェハ5上のW $_{\mathbf{x}}$ Si $_{\mathbf{y}}$ 膜上にタングステン(W)を堆積せしめる

[0045]

所定の時間、W層の形成を継続した後、W $F_6$ ガス及び $SiH_4$ ガスの供給を停止して成膜を終了する。次いで、必要に応じて、チャンバ2内に残留するW $F_6$ ガス及び $SiH_4$ ガスをArガスによりパージした後、 $W_xSi_y$ 層及びW層が形成されたウェハ5をチャンバ2の外部へ搬出する。

[0046]

この成膜工程を所定回数、例えばウェハ5について25枚分の成膜を行った後、チャンバ2内のクリーニングを行う。クリーニングでは、まずクリーニングガスとしての $NF_3$ ガスをチャンバ2内に供給すべく、 $NF_3$ ガス供給源61のスイ

ッチをONにする。すると、MFC62が作動して所定量のNF<sub>3</sub>ガスが管63 を通してチャンバ2内に向けて送られると共に、MFC62のON信号が制御装置80に入力される。

## [0047]

MFC62のON信号が制御装置80に入力されると、制御装置80はマイクロ波発生源64にON信号を送る。これにより、マイクロ波が発生して管63を通るNF $_3$ ガスがマイクロ波に晒され、活性化される。そして、活性化されたNF $_3$ ガスは管63、管10を通ってガス供給口9からシャワーヘッド4内へ導入される(ガス導入工程)。

# [0048]

また、MFC62のON信号が制御装置80に入力されると、制御装置80は三方弁71にリッド部7への冷却水の供給を制限するための信号を送る。これにより、送り流路51が閉鎖されリッド部7への冷却水の供給が止められ、またバイパス流路70が開放される。そして、水供給源50、送り流路51、循環路7a、戻り流路52、及び水供給源50といった経路で循環していた冷却水の流れが変更され、水供給源50、送り流路51、バイパス流路70、戻り流路52、及び水供給源50といった経路で冷却水が循環される。このように、リッド部7への冷却水の供給が停止されることでリッド部7の温度が上昇され、これを介してシャワーヘッド4、特にフェースプレート45の温度が上昇される(温度上昇行程)。

# [0049]

また、MFC62のON信号が制御装置80に入力されると、制御装置80は ヒータープレート72にON信号を送る。これにより、ヒータープレート72が 発熱を開始してリッド部7の温度が上昇され、これを介してシャワーヘッド4、 特にフェースプレート45の温度が上昇される(温度上昇行程)。

# [0050]

ここで、図3及び図4において、ヒータープレート72による加熱を行うことなく、三方弁71及びバイパス流路70によるリッド部7への冷却水の供給停止のみによりリッド部7の温度を上昇させた場合と、三方弁71及びバイパス流路

70によるリッド部7への冷却水の供給を停止すると共に、ヒータープレート72により加熱してリッド部7の温度を上昇させた場合とで、リッド部7を介するフェースプレート45の温度の上昇効率がどのように変化するかを示す実験例を示す。

# [0051]

図3に示すように、三方弁71及びバイパス流路70によるリッド部7への冷却水の供給停止のみによりリッド部7の温度を上昇させた場合、フェースプレート45の温度をクリーニング時に好適な80℃に上昇させるのに1時間以上かかった。これに対し、図4に示すように、三方弁71及びバイパス流路70によるリッド部7への冷却水の供給を停止すると共に、ヒータープレート72により加熱してリッド部7の温度を上昇させた場合、フェースプレート45の温度をクリーニング時に好適な80℃に上昇させるのに必要な時間は15分程度であった。このように、三方弁71及びバイパス流路70によるリッド部7への冷却水の供給停止と、ヒータープレート72による加熱とを併用してリッド部7の温度を上昇させれば、極めて短時間でシャワーへッド4をクリーニングに最適な状態に持っていくことが可能となり、クリーニング作業の効率化が図られる。

# [0052]

リッド部7の温度情報は熱電対73を介して制御装置80にフィードバックされる。制御装置80は、当該温度情報に基づいて電圧・電流を制御する信号をヒータープレート72に送る。このフィードバック制御により、リッド部7の温度、すなわちフェースプレート45の温度が所望の範囲に維持される。

# [0053]

ここで、クリーニング時におけるシャワーヘッド4の温度、特にフェースプレート45の温度は50℃以上、好ましくは50℃~150℃、より好ましくは70℃~100℃、更に好ましくは75℃~85℃に上昇させると好適である。シャワーヘッド45の温度は成膜時に好適な20℃~45℃程度に維持されているため、クリーニング時にはシャワーヘッド45の温度を50℃以上に上昇させることで、シャワーヘッド4に付着した反応生成物の堆積物の除去効率が向上する。なお、シャワーヘッド45の温度を50℃より低くすると堆積物の除去効率向

上の効果があまり得られなくなる傾向にある。また、シャワーヘッド4の温度を150 ℃より高くするとチャンバ2に不具合が生じるおそれが高くなる傾向にある。

### [0054]

特に、WF<sub>6</sub>ガスのように成膜ガスがタングステン原子を含有する化合物から成るガスを含む本実施形態のケースでは、シャワーヘッド4の温度を70℃以上、好ましくは70℃~100℃、より好ましくは75℃~85℃に上昇させると好適である。このように、タングステン層を形成した後にチャンバ内をクリーニングするときは、シャワーヘッド4の温度を70℃以上に上昇させると、シャワーヘッド4に付着した反応生成物の除去効率が向上されることを発明者は見出した。すなわち、シャワーヘッド4の温度を上昇させずにマイクロ波を用いてクリーニングを行った場合、シャワーヘッドに付着した青色の反応生成物が十分に除去されなかったのに比べて、本実施形態に係るクリーニング方法では、一見したのでは分からないくらいに反応生成物が十分に除去され、除去効率が向上されることが確認された。

# [0055]

クリーニングが終了すると、NF $_3$ ガス供給源  $_6$  1 のスイッチをOFFにしてNF $_3$ ガスの供給を停止する。すると、MFC  $_6$  2 が作動してMFC  $_6$  2 のOFF信号が制御装置  $_8$  0 に入力される。

## [0056]

MFC62のOFF信号が制御装置80に入力されると、制御装置80はマイクロ波発生源64にOFF信号を送る。これにより、マイクロ波発生源64は運転を停止する。また、MFC62のOFF信号が制御装置80に入力されると、制御装置80はヒータープレート72にOFF信号を送る。これにより、ヒータープレート72は発熱を停止する。

# [0057]

また、MFC62のOFF信号が制御装置80に入力されると、制御装置80は三方弁71にリッド部7への冷却水の供給を再開するための信号を送る。これにより、バイパス流路70が閉鎖されバイパス流路70への冷却水の供給が止め

られ、また送り流路51が開放される。そして、水供給源50、送り流路51、バイパス流路70、戻り流路52、及び水供給源50といった経路で循環していた冷却水の流れが変更され、水供給源50、送り流路51、循環路7a、戻り流路52、及び水供給源50といった経路で冷却水が循環される。このように、リッド部7への冷却水の供給が再開されることでリッド部7の温度が低下される。

### [0058]

次いで、必要に応じて、チャンバ2内に残留するNF3ガスを取り除き、再び成膜工程に戻る。以上のクリーニング工程に必要な典型的な所要時間は、クリーニングガスを流し始めてから20分程度である。

### [0059]

以上、本実施形態に係る気相堆積装置のクリーニング方法及び気相堆積装置によれば、シャワーヘッド4の温度をウェハ5上に成膜を行う際の温度よりも上昇させているため、クリーニングガスとしてのNF3ガスの活性種とチャンバ2内に付着した反応生成物との反応が促進され、シャワーヘッド4に付着した反応生成物の除去効率の向上を図ることが可能となる。また、シャワーヘッド4に付着する反応生成物の除去効率の向上が図られるため、フェイスプレート45等の部材のクリーニングの頻度、あるいは交換頻度を低減することが可能となり、CVD装置1をより長期間、安定的に継続して運転することが可能となる。

## [0060]

また本実施形態では、ヒータープレート72による加熱とリッド部7への冷却水の供給停止とを併用してリッド部7、すなわちシャワーヘッド4の温度を上昇させているため、極めて短時間でシャワーヘッド4をクリーニングに最適な状態に持っていくことが可能となり、クリーニング作業の効率化を図ることが可能となる。

#### [0061]

また本実施形態では、クリーニングガスとしてのNF<sub>3</sub>ガスをマイクロ波に晒して活性化しているため、チャンバ2内でプラズマを発生し活性化させてクリーニングを行う場合と比べてパーティクル等の発生を抑制することが可能となり、より好適な状態で成膜を行うことが可能となる。

[0062]

なお、本発明は上記した実施形態に限定されることなく、種々の変形が可能である。

[0063]

例えば、本実施形態に係るクリーニング方法及び気相堆積装置は、タングステンチャンバ以外のチャンバに用いてもよい。また、リッド部7への冷却水の供給を制限する手法として、バイパス流路及び三方弁を用いることなく、送り流路51を閉鎖したり、また送り流路51から分岐路を設けて冷却水を放流したりするなど、リッド部7への冷却水の供給を制限する手法であればいずれを用いてもよい。また、制御装置80によりCVD装置1を自動的に制御するのではなく、操作者による操作に基づいてCVD装置1を制御してもよい。

[0064]

【発明の効果】

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明に係る気相堆積装置の好適な一実施形態を概略的に示す構成図(一部断面)である。

【図2】

本発明に係る気相堆積装置の好適な一実施形態を上面から見た構成を概略的に示す平面図である。

【図3】.

三方弁及びバイパス流路によるリッド部への冷却水の供給停止のみによりリッド部の温度を上昇させた場合における、リッド部を介するフェースプレートの温度上昇の様子を示すグラフである。

【図4】

三方弁及びバイパス流路によるリッド部への冷却水の供給停止と、ヒータープ レートによる加熱とを併用してリッド部の温度を上昇させた場合における、リッ

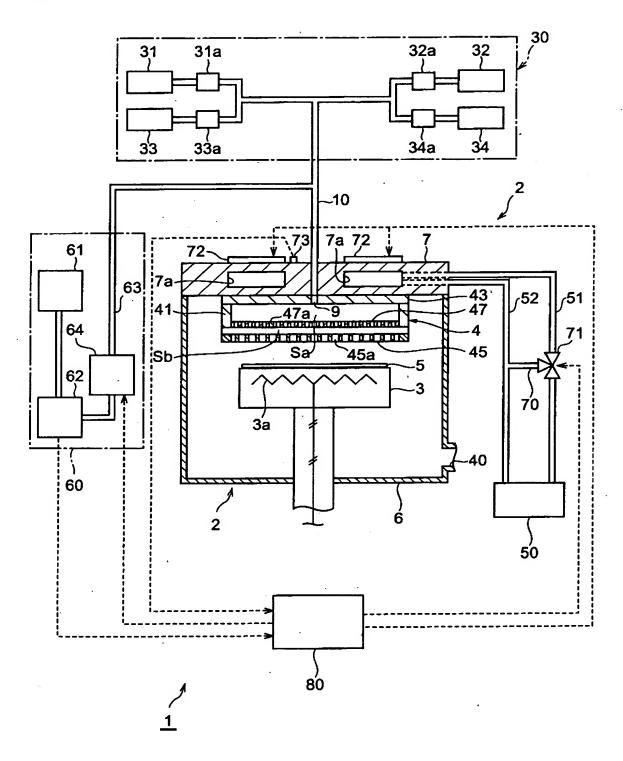
ド部を介するフェースプレートの温度上昇の様子を示すグラフである。

### 【符号の説明】

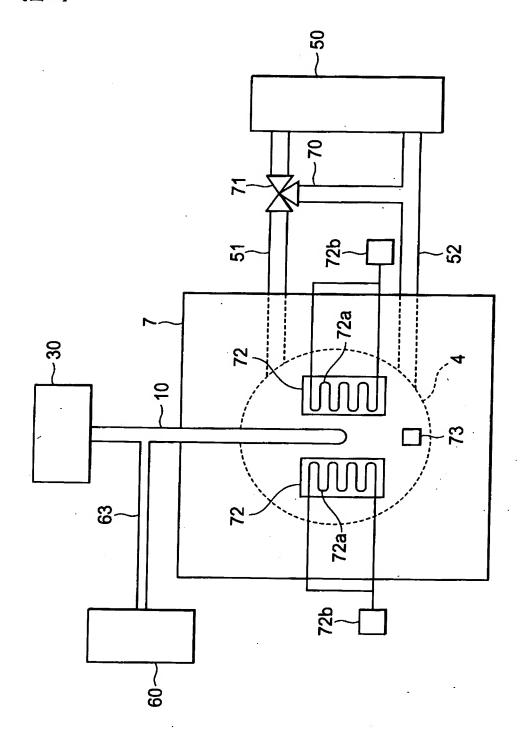
 $1 \cdots$ CVD装置(気相堆積装置)、 $2 \cdots$ チャンバ、 $4 \cdots$ シャワーヘッド、 $5 \cdots$ ウェハ(基体)、 $7 \cdots$ リッド部、 $3 \ 0 \cdots$ 成膜ガス供給源、 $3 \ 1 \cdots$ WF $_6$ ガス供給源、 $4 \ 1 \cdots$ 胴部、 $4 \ 3 \cdots$ ベースプレート、 $4 \ 5 \cdots$ フェイスプレート、 $4 \ 7 \cdots$ ブロッカープレート、 $5 \ 1 \cdots$ 送り流路、 $5 \ 2 \cdots$ 戻り流路、 $6 \ 0 \cdots$ クリーニングガス導入手段、 $6 \ 4 \cdots$ マイクロ波発生源、 $7 \ 0 \cdots$ バイパス流路、 $7 \ 1 \cdots$ 三方弁(制御弁)、 $7 \ 2 \cdots$ ヒータープレート(ヒーター)。

【書類名】 図面

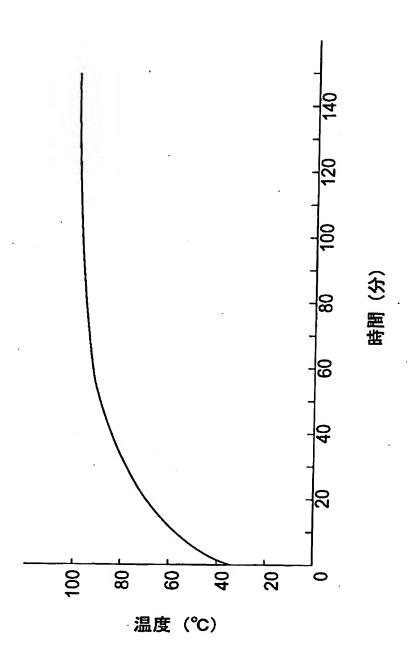
# 【図1】



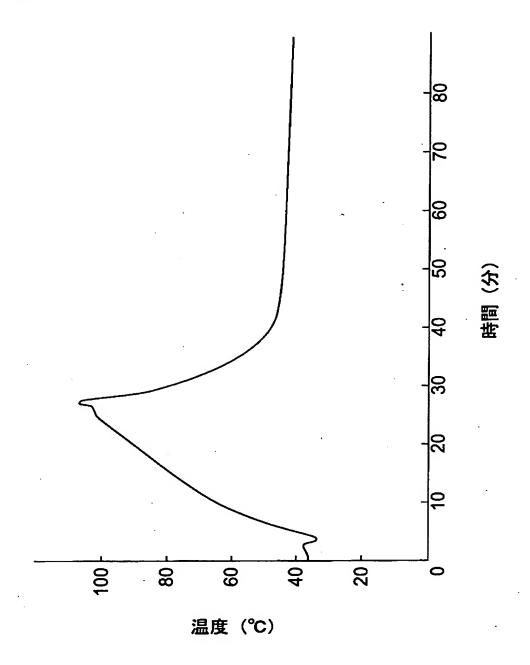
【図2】



【図3】



【図4】



### 【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 チャンバー内に付着した反応生成物の除去効率に優れた気相堆積装置のクリーニング方法及び気相堆積装置を提供する。

【解決手段】 CVD装置1のクリーニング方法は、シャワーヘッド4を介してチャンバ2内に成膜ガスを導入し、ウェハ5上に成膜を行うCVD装置1のクリーニング方法である。この方法では、フッ素原子を含有してなる化合物を含むクリーニングガスとしてのNF3ガスをマイクロ波発生源64によりマイクロ波に晒して活性化し、チャンバ2内に導入する。このとき、ヒータープレート72によりリッド部7を加熱したり、水供給源50からのリッド部7への冷却水の供給を停止したりしてリッド部7の温度を上昇させ、クリーニング時におけるシャワーヘッド4の温度を、ウェハ5上に成膜を行う際の温度よりも上昇させる。

【選択図】 図1

# 出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[390040660]

1. 変更年月日

1990年12月12日

[変更理由]

新規登録

住 所

アメリカ合衆国 カリフォルニア州 95054 サンタ ク

ララ バウアーズ アベニュー 3050

氏 名

アプライド マテリアルズ インコーポレイテッド